

⑬ BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

⑫ **Offenlegungsschrift**
⑪ **DE 3834743 A1**

⑤ Int. Cl. 5:
B01J 20/20
// B01J 2/20

⑳ Aktenzeichen: P 38 34 743.1
㉑ Anmeldetag: 12. 10. 88
㉒ Offenlegungstag: 19. 4. 90

*USE 7.
4,987,116*

DE 3834743 A1

⑦1 Anmelder:
Degussa AG, 6000 Frankfurt, DE

⑦2 Erfinder:
Karl, Alfons, Dr., 6466 Gründau, DE; Von Kienle,
Hartmut, Dr., 6056 Heusenstamm, DE

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

⑤4 Verfahren zur Herstellung einer grobporigen Formkohle

Verfahren zur Herstellung einer grobporigen Formkohle auf Basis von Holzkohlenstaub, Holzkohlenteer und Natronlauge durch Mischen, Kneten, Formgebung und Schwelung unter möglichst sauerstoffarmer Atmosphäre bei Temperaturen von 300 bis 900°C und Aktivierung mit Wasserdampf und/oder Kohlendioxid bei Temperaturen von 700 bis 1200°C, bei welchem man Natriumhydroxid in Mengen von 5,0 bis 15,0 Gew.-%, bezogen auf die Holzkohlenstaubmenge, zusetzt.

DE 3834743 A1

Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung einer grobporigen Formkohle auf Basis von Holzkohlenstaub, Holzkohlenteer und Natronlauge durch Mischen, Kneten, Formgebung und Schwellung unter möglichst sauerstoffarmer Atmosphäre bei Temperaturen von 300 bis 900°C und Aktivierung mit Wasserdampf und/oder Kohlendioxid bei Temperaturen von 700 bis 1200°C.

Formkohle wird als Adsorptionsmittel bei der Perkolationseinfärbung, z. B. bei der Methioninherstellung, zur Abtrennung von hochsiedenden Flüssigkeiten oder als Katalysatorträger eingesetzt.

Es ist bekannt, eine Formkohle für diese Anwendungszwecke einzusetzen, die auf Basis von Braunkohle hergestellt wurde.

Diese Rohstoffbasis hat den Nachteil, daß Schwankungen in der Qualität der Formkohle auftreten.

Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung einer grobporigen Formkohle auf Basis von Holzkohlenstaub, Holzkohlenteer und durch Mischen, Kneten, Formgebung und Schwellung unter möglichst sauerstoffarmer Atmosphäre bei Temperaturen von 300 bis 900°C und Aktivierung mit Wasserdampf und/oder Kohlendioxid bei Temperaturen von 700 bis 1200°C, welches dadurch gekennzeichnet ist, daß man Natriumhydroxid in Mengen von 5,0 bis 15,0 Gew.-%, bezogen auf die Holzkohlenstaubmenge, zusetzt.

In einer bevorzugten Ausführungsform kann das Natriumhydroxid in Form einer wäßrigen Lösung zugesetzt werden.

Die Konzentration dieser Natronlauge kann mindestens 25 Gew.-%, vorzugsweise 30 bis 50 Gew.-%, insbesondere 35 bis 50 Gew.-% betragen.

Die Schwellung kann bei einer Temperatur von $500 \pm 100^\circ\text{C}$ durchgeführt werden.

Die Aktivierung kann bei einer Temperatur von $900 \pm 100^\circ\text{C}$ durchgeführt werden.

Das erfindungsgemäße Verfahren kann in bekannten Misch-, Knet-, Formgebungs-, Schwel- und Aktivierungsvorrichtungen durchgeführt werden.

Das erfindungsgemäße Verfahren hat die Vorteile, daß man hohe Schwel- und Aktivierungsausbeuten sowie Produkte mit hohem Grobporenanteil erhält.

Beispiele

Misch-, Knet- und Formgebungsversuche

Die Komponenten Holzkohlenstaub, Holzkohlenteer und Natronlauge werden in einem Z-Kneter gemischt und geknetet, wobei die Natronlauge und die in der Tab. 2 angegebene Wassermenge vorgemischt werden. Die so erhaltene Mischung wird in der Strangpresse verformt.

Tabelle 1

Misch-, Knet- und Preßbedingungen

Mischungsreihenfolge:	Staub, Teer, Natronlauge/Wasser
Knetzeit:	15 min
Matrize:	Mehrlochmatrize mit 1,6 mm-Bohrungen

Tabelle 2

Mischungszusammensetzungen

	Beispiel 1	Beispiel 2	Beispiel 3	Vergleichsbeispiel 4
Holzkohlenstaub (g)	1920	1920	1920	1920
Holzkohlenteer (g)	1140	1140	1140	1140
40%ige Natronlauge (g)	640	480	320	0
Wasser (g)	40	40	40	140
NaOH-Gehalt*) (G.-%)	13.3	10.0	6.7	0

*) bezogen auf die Holzkohlenstaubmenge

Schwelversuche

Die Schwellung der grünen Strangpreßlinge erfolgt im Drehrohr bei 500°C unter nahezu sauerstofffreier Atmosphäre.

Tabelle 3

Schwelbedingungen

Drehrohr:	indirekt beheizt	5
beheizte Länge:	ca. 2.700 mm	
Innendurchmesser:	ca. 380 mm	
Rohrneigung:	ca. 2°	
Umdrehungszahl:	ca. 7,5 U/min	
Kohleneintrag:	ca. 5 kg/h	10
Trägergas:	ca. 1.150 NI/h Stickstoff	
Unterdruck	ca. 20 mm Wassersäule	

Tabelle 4

15

Schwelergebnisse

	Schwelausbeute*)	Flücht.-Gehalt	
Beispiel 1	74,5 G.-%	17,6 G.-%	20
Beispiel 2	70,9 G.-%	17,4 G.-%	
Beispiel 3	67,4 G.-%	10,2 G.-%	
Vergleichsbeispiel 4	47,4 G.-%	10,2 G.-%	25
*) bezogen auf das wasserfreie Grüngut			

Aktivierungsversuche

Die Aktivierung der geschwellten Strangpreßlinge aus den Beispielen 1—4 erfolgte im Drehrohr bei einer Aktivierungstemperatur von 850 bzw. 950°C. 30

Tabelle 5

Aktivierungsbedingungen

35

Drehrohr:	indirekt beheizt	
beheizte Länge:	ca. 1000 mm	
Innendurchmesser:	ca. 100 mm	
Rohrgefälle:	ca. 1%	40
Umdrehungszahl:	ca. 7,5 U/min	
Stauhöhe:	ca. 15 mm	
Wasserdampf	1000 g/h	
Kohleneintrag:	600—900 g/h	
Unterdruck	ca. 10 mm Wassersäule	45

Nach der Aktivierung wurden die Produkte gründlich mit Wasser gewaschen und getrocknet. Die Aktivierungsergebnisse sind in Tabelle 6 aufgeführt. 50

55

60

65

Tabelle 6
Aktivierungsergebnisse

	Akt.- Temp. °C	Kohlen- eintrag g/h	Ofen- ausb. G.-%	Benzolisothe- me AS (G.-%)	1/10	1/100	1/1000	Jod- zahl mg/g	Methylen- blautiter ml/0,1 g	Melasse- mg-zahl mg	Stoß- härte G.-%	Roll- abrieb g.-%	Rüttel- dichte g/l
Beispiel 1 a	850	600	42,3	70,9	36,1	24,7	16,2	1220	18,0	290	83,4	88,0	245
Beispiel 1 b	850	720	49,9	54,1	33,7	25,7	16,4	1170	16,5	565	88,0	90,8	280
Beispiel 1 c	950	900	39,1	57,3	40,4	26,5	16,4	1210	17,5	555	85,6	89,4	255
Beispiel 2	850	600	48,6	60,5	35,4	25,6	17,3	1190	17,5	540	88,4	88,2	260
Beispiel 3	850	600	48,1	55,5	33,9	25,4	17,7	1180	16,0	600	88,2	90,4	290
Vergleichsbeispiel 4	850	600	65,0	29,0	19,7	16,6	12,5	700	3,5	1400	84,0	96,6	410

Die Aktivkohlen gemäß den Beispielen 1 a, 1 b und 1 c wurden nach Beispiel 1 gemischt, gepreßt und geschwellt. Die unterschiedlichen Kohlen wurden durch die unterschiedlichen Aktivierungsbedingungen wie Aktivierungstemperatur und Kohlecintrag erzielt.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung einer grobporigen Formkohle auf Basis von Holzkohlenstaub, Holzkohlenteer und Natronlauge durch Mischen, Kneten, Formgebung und Schwelung unter möglichst sauerstoffarmer Atmosphäre bei Temperaturen von 300 bis 900°C und Aktivierung mit Wasserdampf und/oder Kohlendioxid bei Temperaturen von 700 bis 1200°C, **dadurch gekennzeichnet**, daß man Natriumhydroxid in Mengen von 5,0 bis 15,0 Gew.-%, bezogen auf die Holzkohlenstaubmenge, zusetzt. 5
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man die Schwelung bei Temperaturen von 500 ± 100°C durchführt.
3. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 2, dadurch gekennzeichnet, daß man die Aktivierung bei Temperaturen von 900 ± 100°C durchführt. 10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65